

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**(11)Publication number : **06-325920**(43)Date of publication of application : **25.11.1994**

(51)Int.Cl.

**H01F 1/34****C01G 49/00****C04B 35/38**(21)Application number : **05-115555**(71)Applicant : **TOKIN CORP**(22)Date of filing : **18.05.1993**(72)Inventor : **OYANAGI HIROSHI****OTSUKI ETSUO****OTSUKA TSUTOMU****(54) LOW-LOSS MAGNETIC MATERIAL AND MANUFACTURE THEREOF**

(57)Abstract:

PURPOSE: To reduce the loss of an eddy current by a method wherein Cao and SiO<sub>2</sub> are made to solubilize in a specified ratio in the crystal grains of a spinel type Mn-Zn ferrite as the subcomponents of the ferrite.

CONSTITUTION: A spinel type Mn-Zn ferrite contains 30 to 42mol% of MnO and 4 to 19 mol % of ZnO with the remnant of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as its main components and contains CaO and SiO<sub>2</sub> as its subcomponents. At least one kind of a compound out of these subcomponents is a low-loss magnetic material being solid solubilized in spinel crystal grains. Thereby, the loss of the Mn-Zn ferrite is a loss lower than that of a conventional Mn-Zn ferrite and the Mn-Zn ferrite, which shows a superior performance as the material for a transformer of a switching power supply or the like, can be obtained.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 25.04.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 10.07.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

**\* NOTICES \***

**Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] It is Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as a principal component as 30-42-mol % of MnO, 4-19-mol % of ZnO and, and the remainder. It contains and is CaO and SiO<sub>2</sub> as an accessory constituent. It is the low loss magnetic material characterized by the thing of the aforementioned accessory constituent which a kind at least is dissolving in spinel crystal grain in the included spinel type Mn-Zn system ferrite.

[Claim 2] It sets to a low loss magnetic material according to claim 1, and is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> as an accessory constituent further. Low loss magnetic material characterized by carrying out content zero to 0.08% of the weight (0 not containing).

[Claim 3] In CaO, the amount of the accessory constituent which is carrying out [ aforementioned ] dissolution in the low loss magnetic material according to claim 1 or 2 is within the limits of 10 - 70% of the CaO total content, and is SiO<sub>2</sub>. A case is SiO<sub>2</sub>. Low loss magnetic material characterized by being within the limits 10 to 60% of the total content.

[Claim 4] Setting to a low loss magnetic material according to claim 2 or 3, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in spinel crystal grain. Low loss magnetic material characterized by dissolving within the limits of 20 - 70% of AUW.

[Claim 5] calcinating [ oxygen tension / in 10% or less of atmosphere ]-in manufacture method of spinel type Mn-Zn system ferrite sintered compact \*\*\*\* -- the manufacture method of the low loss magnetic material characterized by things

[Claim 6] as a principal component -- as 30-42-mol % of MnO, 4-19-mol % of ZnO and, and the remainder -- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> the included spinel type Mn-Zn system ferrite sintered compact -- setting -- sintering volume density -- at least -- 4.9 g/cm<sup>3</sup> it is -- low loss magnetic material characterized by things

[Claim 7] Setting to a low loss magnetic material according to claim 6, the aforementioned sintered compact is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> as an accessory constituent. Low loss magnetic material characterized by carrying out content zero to 0.08% of the weight (0 not containing).

[Claim 8] calcinating [ carrying out a temperature up in nitrogen atmosphere ]-in manufacture method of spinel type Mn-Zn system ferrite sintered compact \*\*\*\* -- the manufacture method of the low loss magnetic material characterized by things

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application] this invention relates to the spinel type Mn-Zn system ferrite used for the main transformer or smooth choke of switching power supply, the transformer material for power supplies, etc., and its manufacture method in more detail about low loss nature material.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, as for the transformer material for switching power supply and power supplies etc., that the drive frequency of whose is about -200kHz has been used.

[0003] The high performance of various electronic equipment in recent years and progress of a miniaturization are remarkable, and much more highly-efficient-izing of the transformer material for switching power supply and power supplies etc. and a miniaturization are just going to desire in connection with it.

[0004] So, much more low loss-ization of a main transformer or a smooth choke, and the Mn-Zn system ferrite used for the transformer material for power supplies is desired. The present condition is that the examination to RF-izing of switching frequency and drive frequency is also remarkable in every direction, and an about 1MHz power supply is also being produced commercially for the formation of small lightweight.

[0005] Usually generally the spinel type Mn-Zn ferrite is manufactured by the spinel type Mn-Zn ferrite used for the transformer material for power supplies etc. here with powder-metallurgy processing which has the process of mixture, \*\*\*\*, trituration, a granulation, fabrication, and baking, and the sintering volume density is at most 4.75 - 4.85 gr/cm<sup>3</sup>. It is a grade.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, when the conventional spinel type Mn-Zn system ferrite was used by RF like 1MHz, it had the fault that generation of heat by the power loss of a ferrite was remarkable, and the function could not be achieved effectively.

[0007] Moreover, in the conventional powder-metallurgy processing mentioned above, powder particle size was controlled by trituration after \*\*\*\*, and the density and the organization of a sintered compact are controlled by balance with a firing environments and temperature. Although there is also a method of making powder particle size fine as a means which raises density, and making high the retention temperature at the time of baking, magnetic properties not only deteriorate remarkably by unusual grain growth, but in both, the former has the fault that trituration time becomes long and exhaustion of a grinder and media becomes remarkable. The still greater burden to a firing furnace in the latter starts, and since the life of a furnace is cost quantity in short \*\*\*\*, it is not desirable.

[0008] Thus, the manufactured spinel type Mn-Zn ferrites itself are about 5.2 gr/cm<sup>3</sup>. Although it has the density of a grade, it is not attained in powder-metallurgy processing with general making sintering volume density improve to there in the present condition. So, low, value with a sufficient core loss value was not acquired, and initial permeability ( $\mu_i$ ), saturation magnetic flux density ( $B_s$ ), etc. were not able to employ efficiently the outstanding magnetic properties which an original Mn-Zn ferrite has.

[0009] Then, the technical technical problem of this invention was made in order to respond to low-loss-ization of a spinel type Mn-Zn system ferrite being desired to use of the whole region from low frequency to a RF, it removes the fault of the aforementioned conventional technology, it has few power losses and they are also in the high frequency band near [ about 100kHz to ] 1MHz to offer the low-loss magnetic material which suppressed generation of heat effectively, and its manufacture method.

[0010]

[Means for Solving the Problem] CaO and SiO<sub>2</sub> which are generally contained as an accessory constituent in a spinel type Mn-Zn system ferrite Although a grain-boundary phase is formed in a grain boundary This invention persons are these [ CaO and SiO<sub>2</sub> ] which are accessory constituents, as a result of performing various examination. By carrying out specific ratio dissolution not only a grain-boundary phase but into crystal grain The problem mentioned above is solved and it discovers that a much more low loss spinel type Mn-Zn system ferrite is obtained.

[0011] According to this invention, it is Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as a principal component as 30-42-mol % of MnO, 4-19-mol % of ZnO and, and the remainder. It contains and is CaO and SiO<sub>2</sub> as an accessory constituent. In the included spinel type Mn-Zn system ferrite, the low loss magnetic material characterized by the thing of the aforementioned accessory constituent which a kind is dissolving in spinel crystal grain is obtained at least.

[0012] In CaO, the amount of the accessory constituent which is carrying out [ aforementioned ] dissolution in the aforementioned low loss magnetic material according to this invention is within the limits of 10 - 70% of the CaO total content, and is SiO<sub>2</sub>. A case is SiO<sub>2</sub>. The low loss magnetic material characterized by being within the limits 10 to 60% of the total content is obtained.

[0013] namely, -- this invention -- a spinel type Mn-Zn system ferrite -- as an accessory constituent -- less than [ 1.0wt% ] -- CaO to contain -- as 10 - 70% of the CaO total content, and an accessory constituent -- less than [ 1.0wt% ] -- SiO<sub>2</sub> to contain SiO<sub>2</sub> It is 10 - 60% of range of the total content, and by making it dissolve in a spinel crystal grain child, respectively, a core loss property can be improved and highly efficient-ization of switching power supply can be realized.

[0014] Generally, to spinel type Mn-Zn system ferrite material, it sets to an about 100kHz low frequency field, and is 450 kW/m<sup>3</sup> now. The following core loss values are required, and it sets to the high-frequency field around 1MHz, and is 500 kW/m<sup>3</sup>. The following core loss values are demanded. Then, these [ CaO and SiO<sub>2</sub> ] which are accessory constituents in this invention By carrying out specific ratio dissolution not only a grain-boundary phase but into crystal grain That improvement in a core loss property was able to be aimed at so that the above-mentioned demand may be filled Oxygen tension SiO<sub>2</sub> and CaO can be made to dissolve in specific \*\*\*\* by calcinating under 0 - 10%, and the atmosphere controlled moderately, and it becomes possible to make small the difference of the grain-boundary phase of a ferrite, and the degree of oxidization of the main phase crystal, consequently crystal grain of a sintered compact and equalization of the degree of oxidization of a grain-boundary phase can be attained. Both the grain-boundary phase of the sintering inside-of-the-body section and the specific resistance of the main phase crystal improve, and it is considered because the eddy current loss mainly fell.

[0015] Moreover, this invention persons are Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> as an accessory constituent, as a result of inquiring further. It discovers that a much more low loss spinel type Mn-Zn system ferrite is obtained by carrying out specific ratio dissolution not only a grain-boundary phase but into crystal grain.

[0016] According to this invention, in the aforementioned low loss magnetic material, the low loss magnetic material characterized by carrying out content of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> zero to 0.08% of the weight (0 not containing) as an accessory constituent further is obtained.

[0017] According to this invention, it sets to the aforementioned low loss magnetic material, and is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. It is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in spinel crystal grain. The low loss magnetic material characterized by dissolving within the limits of 20 - 70% of AUW is obtained.

[0018] That is, at this invention, it is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> It is 20 - 70% of range of the total content, and by making it dissolve in a spinel crystal grain child, a core loss property can be improved and highly efficient-ization of the transformer material for power supplies can be realized.

[0019] These [ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ] which are accessory constituents in this invention here That improvement in a core loss property was able to be aimed at by carrying out specific ratio dissolution not only a grain-boundary phase but into crystal grain By calcinating under the atmosphere which controlled oxygen tension moderately, it is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. It becomes possible to be able to carry out specific ratio dissolution into crystal grain, and to make small the difference of the grain-boundary phase of a ferrite, and the degree of oxidization of the main phase crystal. as a result Crystal grain of a sintered compact and equalization of the degree of oxidization of a grain-boundary phase can be attained, both the grain-boundary phase of the sintering inside-of-the-body section and the specific resistance of the main phase crystal improve, and it is considered because the eddy current loss mainly fell.

[0020] Furthermore, by this invention, it becomes possible to reduce the magnetic distorted influence produced according to the difference of the grain-boundary phase of the sintering inside-of-the-body section, and the internal stress of the main phase crystal, and high permeability can be obtained.

[0021] Moreover, this invention persons are sintering volume density 4.9 g/cm<sup>3</sup> It finds out that it is possible to give the outstanding magnetic properties which it has originally [ of a Mn-Zn ferrite ] by considering as the above to a ferrite core. furthermore, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> temperature up atmosphere [ in / a sintering process / further / improvement in remarkable magnetic properties can be aimed at because you make it contain as a less than / 0.08wt% / (for 0 not to be included) accessory constituent, and ] -- N<sub>2</sub> \*\* -- it finds out that the magnetic properties which sintering volume density improved remarkably and were excellent in carrying out can be obtained

[0022] according to this invention -- as a principal component -- as 30-42-mol % of MnO, 4-19-mol % of ZnO and, and the remainder -- Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> the included spinel type Mn-Zn system ferrite sintered compact -- setting -- sintering volume density -- at least -- 4.9 g/cm<sup>3</sup> it is -- the low loss magnetic material characterized by things is obtained

[0023] Moreover, according to this invention, it sets to the aforementioned low loss magnetic material, and the aforementioned sintered compact is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> as an accessory constituent. The low loss magnetic material characterized by carrying out content zero to 0.08% of the weight (0 not containing) is obtained.

[0024] calcinating [ according to this invention / carrying out a temperature up in nitrogen atmosphere ]-in manufacture method of spinel type Mn-Zn system ferrite sintered compact \*\*\*\* -- the manufacture method of the low loss magnetic material characterized by things is acquired

[0025] Here, in this invention, density improves why by carrying out a temperature up in nitrogen (N<sub>2</sub>) atmosphere, and although the detailed reason is unknown in the ability of improvement in remarkable magnetic properties to be aimed at, in order that grain growth and precise-ization may progress under the situation that the spinel reaction was promoted further, it is considered because homogenization of an organization was attained with improvement in density.

[0026] Moreover, it sets to this invention and is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. It deposits in a grain boundary, electric resistance is made high, and there is an operation which it carries out [ operation ] control of a detailed organization and not only making an eddy current loss fall but raises magnetic properties, such as Bs and mui. Here, it sets to this invention and is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. The amount was made into

less than [ 0.08wt% ] for magnetic-properties degradation factors, such as unusual grain growth, occurring in the field exceeding 0.08wt(s)%. Sintering volume density is 4.9 g/cm<sup>3</sup> by the above method. It becomes possible to supply the material which whose magnetic properties improved remarkably and was excellent in considering as the above as transformer material for power supplies. It becomes improvable [ only by there not being cost quantity and a bird clapper and changing the present process a little / remarkable magnetic properties ] especially remarkably at this invention and is useful.

[0027]

[Example] Hereafter, the example of the low loss magnetic material concerning this invention is explained.

[0028] (Example 1) After having carried out weighing capacity of the powder of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> of a high grade, Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, and ZnO so that it might be set to Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> of 53 mol (mol) %, 35-mol % of MnO, and 12-mol % of ZnO, and mixing these powder with a ball mill, temporary quenching was carried out at about 900 degrees C.

[0029] Next, it is 0.02% of the weight (wt%) of SiO<sub>2</sub> to this temporary-quenching powder. And 0.05wt(s)% CaO was added and the ball mill performed mixture and the crack further. about 2 [ next, ] after mixing a binder to the obtained powder -- t/cm<sup>2</sup> It fabricated and these profit \*\*\*\* Plastic solid was calcinated in burning-temperature:1000-1400 degree C and oxygen tension:1-10% atmosphere.

[0030] Drawing 1 is SiO<sub>2</sub> in the main phase crystal grain. A content is SiO<sub>2</sub>. In the sample which is 30% of the total content The amount of CaO(s) in the main phase crystal grain 100 degrees C of each sample obtained when it was made to change, frequency The power loss (PB) value in 100kHz-maximum-magnetic-flux-density-in-a-hysteresis-loop (Bm =) 2000G and the initial permeability (mui) value in ordinary temperature are shown. (f=) Drawing 2 The CaO content in the main phase crystal grain sets in the sample which is 30% of the CaO total content, and it is SiO<sub>2</sub> in the main phase crystal grain. 100 degrees C of each sample obtained when changing an amount, and PB in 100kHz-2000G And mui in ordinary temperature The value is shown.

[0031] CaO in drawing 1 and the main phase crystal grain of drawing 2 , and SiO<sub>2</sub> An amount is the value which showed the content in the main phase crystal grain which removed the grain-boundary phase by chemical etching by the ratio (%) to the total content.

[0032] From drawing 1 and drawing 2 , it is SiO<sub>2</sub> in CaO at 10 - 70% of range of the CaO total content. It is SiO<sub>2</sub> then. The sample made to dissolve in spinel crystal grain in 10 - 60% of range of the total content, respectively has a small core loss value, and it turns out that high permeability is obtained.

[0033] (Example 2) After having carried out weighing capacity of the powder of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> of a high grade, Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, and ZnO so that it might be set to 53-mol Fe[ % of ] 2 O<sub>3</sub> or 39-mol % of MnO, and eight-mol % of ZnO, and mixing these powder with a ball mill, temporary quenching was carried out at about 900 degrees C. Next, it is 0.03wt(s)% SiO<sub>2</sub> to this temporary-quenching powder. And 0.10wt(s)% CaO was added and the ball mill performed mixture and the crack further. about 2 [ next, ] after mixing a binder to the obtained powder -- t/cm<sup>2</sup> It fabricated and these profit \*\*\*\* Plastic solid was calcinated under burning-temperature:1000-1250 degree C and oxygen tension:0.1-6% atmosphere.

[0034] Drawing 3 is SiO<sub>2</sub> in the main phase crystal grain. A content is SiO<sub>2</sub>. In the sample which is 30% of the total content PB in 60 degrees C of each sample obtained when changing the amount of CaO(s) in the main phase crystal grain, f= 1MHz, and Bm =500G A value is shown. drawing 4 The CaO content in the main phase crystal grain sets in the sample which is 30% of the CaO total content, and it is SiO<sub>2</sub> in the main phase crystal grain. PB in 60 degrees C of each sample obtained when changing an amount, f= 1MHz, and Bm=500G The value is shown.

[0035] CaO in drawing 3 and the main phase crystal grain of drawing 4 , and SiO<sub>2</sub> An amount is the value which showed the content in the main phase crystal grain which removed the grain-boundary phase by chemical etching by the ratio (%) to the total content.

[0036] From drawing 3 and drawing 4 , it is SiO<sub>2</sub> in CaO at 10 - 70% of range of the CaO total content. It is SiO<sub>2</sub> then. As for the sample made to dissolve in spinel crystal grain in 10 - 60% of range of the total content, respectively, it turns out that the low core loss value is acquired.

[0037] (Example 3) After having carried out weighing capacity of the powder of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> of a high grade, Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, and ZnO so that it might be set to 53-mol Fe[ % of ] 2 O<sub>3</sub> or 35-mol % of MnO, and 12-mol % of ZnO, and mixing these powder with a ball mill, temporary quenching was carried out at about 900 degrees C.

[0038] next, this temporary-quenching powder -- a 0.02wt(s)% SiO<sub>2</sub>, 0.05wt% CaO, and 0.04wt(s)% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> It added and the ball mill performed mixture and the crack further. about 2 [ next, ] after mixing a binder to the obtained powder -- t/cm<sup>2</sup> It fabricated and these profit \*\*\*\* Plastic solid was calcinated in burning-temperature:1100-1400 degree C and oxygen tension:1-10% atmosphere.

[0039] Drawing 5 is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in the main phase crystal grain. PB in 100 degrees C of each sample obtained when changing an amount, f= 100kHz, and Bm =2000G mui in a value and ordinary temperature The value is shown. Moreover, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> in the main phase crystal grain of drawing 5 An amount is the value which showed the content in the main phase crystal grain which removed the grain-boundary phase by chemical etching by the ratio (%) to the total content.

[0040] From drawing 5 , it is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. At 20 - 70% of range of the total content, it is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. As for the sample made to dissolve in spinel crystal grain, it turns out that the low core loss value is acquired.

(Example 4) After having carried out weighing capacity of the powder of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> of a high grade, Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, and ZnO so that it might be set to 53-mol Fe[ % of ] 2 O<sub>3</sub> or 39-mol % of MnO, and eight-mol % of ZnO, and mixing these powder with a ball mill, temporary quenching was carried out at about 900 degrees C. Next, a 0.03wt(s)% SiO<sub>2</sub>, a 0.10wt% CaO, and 0.04wt(s)% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> were added to this temporary-quenching powder, and the ball mill performed mixture and the crack further. about 2 [ next, ] after mixing a binder to the obtained powder -- t/cm<sup>2</sup> It fabricated and these profit \*\*\*\* Plastic solid was calcinated in

burning-temperature: 1100-1400 degree C and the atmosphere not more than oxygen tension: 3%.

[0041] Drawing 6 is Nb 2O5 in the main phase crystal grain. 60 degrees C of each sample obtained when changing a content, and PB in 1kHz-500G The value is shown. Nb 2O5 in the main phase crystal grain of drawing 6 An amount is the value which showed the content in the main phase crystal grain which removed the grain-boundary phase by chemical etching by the ratio (%) to the total content.

[0042] From drawing 6, it is Nb 2O5. At 20 - 70% of range of the total content, it is Nb 2O5. As for the sample made to dissolve in spinel crystal grain, it turns out that the low core loss value is acquired.

[0043] (Example 5) At the same process as an example 1, it is Nb 2O5. The sample which was changed and was added to 0 - 0.10wt% was created. Drawing 7 is Nb 2O5 of this sample. A content, 100 degrees C, and PB in 100kHz-2000G mui in a value and ordinary temperature The relation with a value is shown.

[0044] From drawing 7, it is Nb 2O5. It turns out that the magnetic properties in which the content was excellent at the time of 0 - 0.08wt% (except for 0%) are obtained.

[0045] (Example 6) Fe 2O3 of a high grade, Mn 3O4, and a ZnO raw material are blended, and it was made to be set to 52.5Fe2O3-35MnO-12.5ZnO (mol %). Next, this combination powder was mixed and \*\*\*\*(ed) with the ball mill, the ball mill ground further again, and mixed postforming of BANDA was carried out. And the obtained Plastic solid changed temperature up atmosphere, temperature, and maintenance conditions, and the baking object was acquired. Sintering volume density and the obtained magnetic properties are shown in the following table 1. Sintering volume density is 4.9 g/cm3. It turns out that any magnetic properties are excellent in the above sample.

[0046]

[Table 1]

密度 (g/cm <sup>3</sup> )	B <sub>s</sub> (G)	$\mu_1$ *	$\mu_a$ **	P <sub>B</sub> *** (kW/m <sup>3</sup> )
4.83	4700	2000	3500	510
4.75	4890	2100	3500	450
4.81	5210	2100	4000	450
4.88	5250	2100	4200	380
4.92	5350	2400	5230	310
4.97	5400	2450	5210	300
5.05	5450	2500	5290	295
5.10	5460	2500	5270	300

[0047] (Example 7) It is the powder-molding object acquired in the example 1 N2 It calcinated by the inside temperature up and the temperature up in the atmosphere. Maintenance considers as 1300 degrees C, and atmosphere is N2. O2 It considered as the inside of mixed gas. It is the temperature up section to the following table 2 N2 The magnetic properties of the material made into atmosphere and the atmosphere in air (Air) are shown. It is the temperature up section N2 Magnetic properties excellent in the direction carried out are shown.

[0048]

[Table 2]

昇 降 温 気 体	B <sub>s</sub> (G)	$\mu_1$ *	$\mu_a$ **	P <sub>B</sub> *** (kW/m <sup>3</sup> )	密 度 (g/cm <sup>3</sup> )
N <sub>2</sub>	5400	2450	5210	300	4.97
Air	5180	2100	4020	480	4.80

\*  $\mu_1$  = 100 kHz - at 常温

\*\*  $\mu_a$  = 100 kHz - 200 G at 100 °C

\*\*\* P<sub>B</sub> = 100 kHz - 200 G at 100 °C

[0049] (Example 8) At the same process as an example 1, it is Nb 2O5. The sample which was changed and was added to 0 - 0.1wt% was created.

[0050] It is Nb 2O5 to the following table 3. The magnetic properties when changing an amount are shown. Nb 2O5 The magnetic properties which were excellent at the time not more than 0.08wt% (0 is not included) are shown.

[0051]

[Table 3]

Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 含有量	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	B <sub>s</sub> (G)	$\mu_i^*$	$\mu_a^{**}$	P <sub>B</sub> <sup>***</sup> (kW/m <sup>3</sup> )
0.02	4.91	5300	2500	5140	320
0.04	4.93	5350	2300	5200	280
0.06	4.92	5310	2400	5180	340
0.08	4.95	5350	2350	5020	350
0.10	4.93	5240	1900	3980	480

\*  $\mu_i$  = 100 kHz - at 常温

\*\*  $\mu_a$  = 100 kHz - 200 G at 100 °C

\*\*\* P<sub>B</sub> = 100 kHz - 200 G at 100 °C

[0052]

[Effect of the Invention] In the method of manufacturing a Mn-Zn system ferrite with the usual powder-metallurgy processing according to this invention as more than stated With a calcium oxide, the calcium oxide and silicon dioxide which are an accessory constituent by making 10 - 60% of the silicon-dioxide total content 10 - 70% of the calcium-oxide total content dissolve in spinel crystal grain by the silicon dioxide, respectively The Mn-Zn system ferrite which shows the performance which was excellent in low loss as transformer material, such as switching power supply, can be obtained rather than the conventional Mn-Zn system ferrite.

[0053] Moreover, according to this invention, a Mn-Zn system ferrite is set to the method of manufacturing with the usual powder-metallurgy processing. Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> which is an accessory constituent It is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> to eye \*\*\*\*\* and a pan at the range of 0 - 0.08wt% (except for 0%). In spinel crystal grain, it is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. When the total content makes it dissolve 20 to 70% The Mn-Zn system ferrite which shows the performance which was excellent in low loss as transformer material for power supplies can be offered rather than the conventional Mn-Zn system ferrite.

[0054] Furthermore, according to this invention, it is sintering volume density 4.9 g/cm<sup>3</sup> Improvement in magnetic properties is remarkably realized by considering as the above. Moreover, in this case, it is Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. It considers as less than [ 0.08wt% ] (0 is not included), and is N<sub>2</sub> further. It is density by using the baking pattern which carries out a temperature up in inside 4.9 g/cm<sup>3</sup> It can consider as the above. This is density 4.9g/cm<sup>3</sup> It is because the outstanding magnetic properties which it has originally [ of a Mn-Zn ferrite ] are securable by considering as the above, and is N<sub>2</sub>. The temperature up in inside is considered that it has contributed to high property-ization that the grain growth and precise-izing under the situation that the spinel-ized reaction was promoted further advance.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-325920

(43)公開日 平成6年(1994)11月25日

(51)Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 1/34		B		
C 0 1 G 49/00		B		
C 0 4 B 35/38		Z		

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平5-115555

(22)出願日 平成5年(1993)5月18日

(71)出願人 000134257

株式会社トーキン

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

(72)発明者 大柳 浩

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

株式会社トーキン内

(72)発明者 大槻 悦夫

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

株式会社トーキン内

(72)発明者 大塚 努

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

株式会社トーキン内

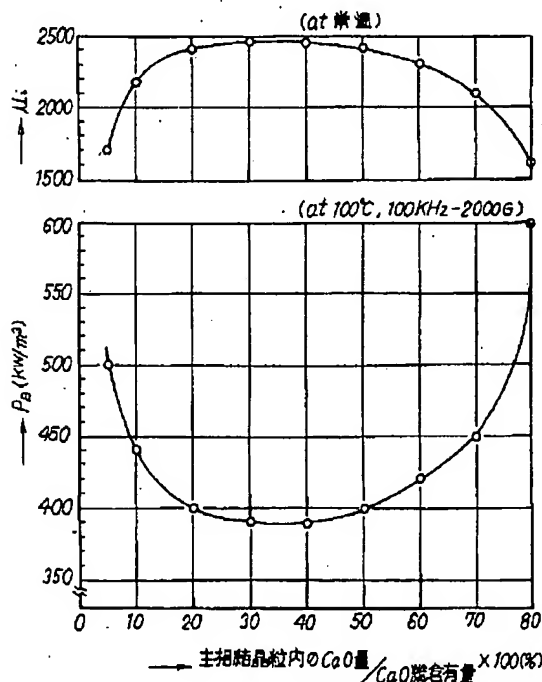
(74)代理人 弁理士 後藤 洋介 (外3名)

(54)【発明の名称】 低損失磁性材料及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 100kHz程度～1MHz付近の高周波帯域においてもパワロスが少なく発熱を有効に抑えた低損失磁性材料とその製造方法を提供すること。

【構成】 一つの低損失磁性材料は、副成分としてCaO、SiO<sub>2</sub>を含み、更に任意成分として0.08重量%以下のNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を含むスピネル型Mn-Zn系フェライトである。これら副成分の少なくとも一種はスピネル結晶粒中に固溶し、その固溶量はCaOではCaO総含有量の10～70%、SiO<sub>2</sub>ではSiO<sub>2</sub>総含有量の10～60%、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>ではNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>総重量の20～70%である。この低損失磁性材料は、10%以下の酸素分圧の雰囲気中で焼成することで製造される。また、他の低損失磁性材料は、スピネル型Mn-Zn系フェライト焼結体であり、焼結体密度が少なくとも4.9g/cm<sup>3</sup>である。この焼結体は副成分としてNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を0.08重量%以下含有することもでき、窒素雰囲気中で昇温しながら焼成することで製造される。





1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 主成分として30～42モル%の $MnO$ 、4～19モル%の $ZnO$ 及び残部として $Fe_2O_3$ を含み、副成分として $CaO$ と $SiO_2$ を含むスピネル型 $Mn-Zn$ 系フェライトにおいて、前記副成分の少なくとも一種は、スピネル結晶粒中に固溶していることを特徴とする低損失磁性材料。

【請求項2】 請求項1記載の低損失磁性材料において、更に副成分として $Nb_2O_5$ を0～0.08重量% (0は含まず) 含有することを特徴とする低損失磁性材料。

【請求項3】 請求項1又は2記載の低損失磁性材料において、前記固溶している副成分の量は、 $CaO$ の場合、 $CaO$ 総含有量の10～70%の範囲内であり、 $SiO_2$ の場合は、 $SiO_2$ 総含有量の10～60%範囲内であることを特徴とする低損失磁性材料。

【請求項4】 請求項2又は3記載の低損失磁性材料において、 $Nb_2O_5$ はスピネル結晶粒中に $Nb_2O_5$ 総重量の20～70%の範囲内で固溶していることを特徴とする低損失磁性材料。

【請求項5】 スピネル型 $Mn-Zn$ 系フェライト焼結体の製造方法において、酸素分圧が10%以下の雰囲気中で焼成することを含むことを特徴とする低損失磁性材料の製造方法。

【請求項6】 主成分として30～42モル%の $MnO$ 、4～19モル%の $ZnO$ 及び残部として $Fe_2O_3$ を含むスピネル型 $Mn-Zn$ 系フェライト焼結体において、焼結体密度が少なくとも $4.9\text{ g/cm}^3$ であることを特徴とする低損失磁性材料。

【請求項7】 請求項6記載の低損失磁性材料において、前記焼結体は副成分として $Nb_2O_5$ を0～0.08重量% (0は含まず) 含有することを特徴とする低損失磁性材料。

【請求項8】 スピネル型 $Mn-Zn$ 系フェライト焼結体の製造方法において、窒素雰囲気中で昇温しながら焼成することを含むことを特徴とする低損失磁性材料の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、低損失性材料に関し、更に詳しくは、スイッチング電源のメイントランスあるいは平滑チョークや電源用トランス材等に用いられるスピネル型 $Mn-Zn$ 系フェライト及びその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、スイッチング電源、電源用トランス材等は、その駆動周波数が $\sim 200\text{ kHz}$ 程度のものが使用されてきた。

【0003】近年の各種電子機器の高性能及び小型化の進展は著しく、それに伴いスイッチング電源、電源用ト

2

ランス材等のより一層の高性能化、小型化が望まれているところである。

【0004】それ故、メイントランスあるいは平滑チョークなどや、電源用トランス材に用いられる $Mn-Zn$ 系フェライトのより一層の低損失化が望まれている。小型軽量化のため、スイッチング周波数、駆動周波数の高周波化に対する検討も各方面で著しく、 $1\text{ MHz}$ 程度の電源も製品化されつつあるのが現状である。

【0005】ここで、電源用トランス材等に用いられるスピネル型 $Mn-Zn$ フェライトは、通常一般的に、スピネル型 $Mn-Zn$ フェライトは混合・予焼・粉碎・造粒・成形・焼成の工程を有する粉末冶金法により製造されており、その焼結体密度はせいぜい $4.75\sim 4.85\text{ gr/cm}^3$ 程度である。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】ところが、従来のスピネル型 $Mn-Zn$ 系フェライトを $1\text{ MHz}$ のような高周波で使用した場合、フェライトのパワーロスによる発熱が著しく、その機能を有効に果たすことができないという欠点を有していた。

【0007】また、上述した従来の粉末冶金法においては、予焼後粉碎により粉末粒径をコントロールし焼成雰囲気及び温度との兼ね合いにより焼結体の密度及び組織をコントロールしている。密度を向上させる手段として粉末粒径を細かくしたり、又、焼成時の保持温度を高くするといった方法もあるが、両者とも異常粒成長により磁気特性が著しく劣化するだけでなく前者は粉碎時間が長くなり、又、粉碎機及びメディアの消耗が著しくなるという欠点がある。さらに後者では焼成炉に多大な負担がかかり炉の寿命が短くなりコスト高であるため好ましくない。

【0008】このように、製造されたスピネル型 $Mn-Zn$ フェライト自身は約 $5.2\text{ gr/cm}^3$ 程度の密度を有するが、現状では、そこまで焼結体密度を向上せしめることが一般の粉末冶金法では達成されていない。それ故、初透磁率( $\mu_i$ )、飽和磁束密度( $B_s$ )等が低く、また、コアロス値も十分な値が得られず、本来の $Mn-Zn$ フェライトの有する優れた磁気特性を生かすことができなかった。

【0009】そこで、本発明の技術的課題は、低周波から高周波までの全域の使用に対して、スピネル型 $Mn-Zn$ 系フェライトの低損失化が望まれていることに応えるためになされたもので、前記従来技術の欠点を除去し、 $100\text{ kHz}$ 程度から $1\text{ MHz}$ 付近の高周波帯域においても、パワーロスが少なく、発熱を有効に抑えた低損失磁性材料及びその製造方法を提供することにある。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】一般に、スピネル型 $Mn-Zn$ 系フェライトに副成分として含有される $CaO$ 、 $SiO_2$ は、粒界に粒界相を形成するとされているが、

本発明者らは種々の検討を行った結果、副成分であるこれらCaOとSiO<sub>2</sub>を、粒界相のみならず、結晶粒内へも特定比率固溶せしめることにより、前述した問題を解決し、より一層低損失なスピネル型Mn-Zn系フェライトが得られることを発見したものである。

【0011】本発明によれば、主成分として30~42モル%のMnO、4~19モル%のZnO及び残部としてFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を含み、副成分としてCaOとSiO<sub>2</sub>を含むスピネル型Mn-Zn系フェライトにおいて、前記副成分の少なくとも一種は、スピネル結晶粒中に固溶していることを特徴とする低損失磁性材料が得られる。

【0012】本発明によれば、前記低損失磁性材料において、前記固溶している副成分の量は、CaOの場合、CaO総含有量の10~70%の範囲内であり、SiO<sub>2</sub>の場合は、SiO<sub>2</sub>総含有量の10~60%範囲内であることを特徴とする低損失磁性材料が得られる。

【0013】すなわち、本発明では、スピネル型Mn-Zn系フェライトに、副成分として1.0wt%以下含有されるCaOをCaO総含有量の10~70%、副成分として1.0wt%以下含有されるSiO<sub>2</sub>をSiO<sub>2</sub>総含有量の10~60%の範囲で、それぞれスピネル結晶粒子中に固溶せしめることにより、コアロス特性が改善でき、スイッチング電源の高性能化を実現できるものである。

【0014】現在一般的には、スピネル型Mn-Zn系フェライト材に対して、100kHz程度の低周波数領域においては、450kW/m<sup>3</sup>以下のコアロス値が要求され、1MHz前後の高周波数領域においては、500kW/m<sup>3</sup>以下のコアロス値が要求されている。そこで、本発明では、副成分であるこれらCaO及びSiO<sub>2</sub>を、粒界相のみならず、結晶粒内へも特定比率固溶させることにより、上記要求を満たすように、コアロス特性の向上が図れたのは、酸素分圧を0~10%と適度にコントロールした雰囲気下で焼成することでSiO<sub>2</sub>、CaOを特定量粒内に固溶させることができ、フェライトの粒界相と主相結晶の酸化度の差を小さくすることが可能となり、その結果、焼結体の結晶粒と粒界相の酸化度の均一化が図れ、焼結体内部の粒界相及び主相結晶の比抵抗が共に向上し、主に渦電流損失が低下したためと思われる。

【0015】また、本発明者らは、更に検討を行った結果、副成分としてNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を、粒界相のみならず、結晶粒内へも特定比率固溶せしめることにより、より一層低損失なスピネル型Mn-Zn系フェライトが得られることを発見したものである。

【0016】本発明によれば、前記低損失磁性材料において、更に副成分としてNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を0~0.08重量% (0は含まず) 含有することを特徴とする低損失磁性材料が得られる。

【0017】本発明によれば、前記低損失磁性材料にお

いて、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>はスピネル結晶粒中にNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>総重量の20~70%の範囲内で固溶していることを特徴とする低損失磁性材料が得られる。

【0018】すなわち、本発明では、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>をNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>総含有量の20~70%の範囲で、スピネル結晶粒子中に固溶せしめることにより、コアロス特性が改善でき、電源用トランス材の高性能化を実現できるものである。

【0019】ここで、本発明において、副成分であるこれらNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を粒界相のみならず、結晶粒内へも特定比率固溶させることにより、コアロス特性の向上が図れたのは、適度に酸素分圧を制御した雰囲気下で焼成することで、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を結晶粒内へ特定比率固溶させることができ、フェライトの粒界相と主相結晶の酸化度の差を小さくすることが可能となり、結果として、焼結体の結晶粒と粒界相の酸化度の均一化が図れ、焼結体内部の粒界相及び主相結晶の比抵抗が共に向上し、主に渦電流損失が低下したためと思われる。

【0020】更に本発明により、焼結体内部の粒界相と主相結晶の内部応力の差によって生じる磁気的な歪の影響を低減することが可能となり、高い透磁率を得ることができる。

【0021】また、本発明者らは、焼結体密度を4.9g/cm<sup>3</sup>以上とすることでMn-Znフェライトの本来有する優れた磁気特性をフェライトコアに持たせることが可能であることを見出したものである。更に、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を0.08wt%以下 (0を含まず) 副成分として含有せしめることで著しい磁気特性の向上が図れ、さらに焼結工程における昇温雰囲気やN<sub>2</sub>とすることで、焼結体密度が著しく向上し優れた磁気特性を得ることができることを見出したものである。

【0022】本発明によれば、主成分として30~42モル%のMnO、4~19モル%のZnO及び残部としてFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を含むスピネル型Mn-Zn系フェライト焼結体において、焼結体密度が少なくとも4.9g/cm<sup>3</sup>であることを特徴とする低損失磁性材料が得られる。

【0023】また、本発明によれば、前記低損失磁性材料において、前記焼結体は副成分としてNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を0~0.08重量% (0は含まず) 含有することを特徴とする低損失磁性材料が得られる。

【0024】本発明によれば、スピネル型Mn-Zn系フェライト焼結体の製造方法において、窒素雰囲気中で昇温しながら焼成することを含むことを特徴とする低損失磁性材料の製造方法が得られる。

【0025】ここで、本発明において、窒素(N<sub>2</sub>)雰囲気中で、昇温することで何故密度が向上し、著しい磁気特性の向上が図れるのか、その詳細な理由は不明であるがスピネル反応がより一層促進された状況下で粒成長、緻密化が進むため密度の向上と共に組織の均質化が

図れたためと思われる。

【0026】また、本発明において、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$  は、粒界に析出して電気抵抗を高くし、渦電流損失を低下せしめるだけでなく、微細組織のコントロールをして $B_s$ 、 $\mu_i$ 等の磁気特性を向上させる作用がある。ここで、本発明において、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$  の量を0.08wt%以下としたのは0.08wt%を越えた領域では異常粒成長等の磁気特性劣化因子が発生するためである。以上の方法により焼結体密度が $4.9\text{ g/cm}^3$ 以上とすることで著しく磁気特性が向上し、電源用トランス材として優れた材料を供給することが可能となる。本発明では特に著しくコスト高となることはなく、現状の工程を若干変化させるだけで著しい磁気特性の改善が可能となり有益である。

【0027】

【実施例】以下、本発明に係わる低損失磁性材料の実施例について説明する。

【0028】(実施例1)高純度の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Mn}_3\text{O}_4$ 、 $\text{ZnO}$ の粉末を、53モル(mol)%の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、35モル%の $\text{MnO}$ 、12モル%の $\text{ZnO}$ となるよう秤量し、これら粉末をボールミルにて混合した後、約900℃で仮焼した。

【0029】次にこの仮焼粉末に0.02重量%(wt%)の $\text{SiO}_2$ 及び0.05wt%の $\text{CaO}$ を添加して、さらにボールミルで混合、解砕を行った。次に得られた粉末にバインダーを混合した後、約2トン/cm<sup>2</sup>で成形し、これら得られた成形体を焼成温度：1000～1400℃、酸素分圧：1～10%の雰囲気中で焼成した。

【0030】図1は、主相結晶粒内の $\text{SiO}_2$ 含有量が、 $\text{SiO}_2$ 総含有量の30%である試料において、主相結晶粒内の $\text{CaO}$ 量を変化させた時に得られた各試料の100℃、周波数( $f$ )100kHz-最大磁束密度( $B_m$ )2000Gにおけるパワーロス( $P_B$ )値及び常温での初透磁率( $\mu_i$ )値を示し、図2は、主相結晶粒内の $\text{CaO}$ 含有量が、 $\text{CaO}$ 総含有量の30%である試料において、主相結晶粒内の $\text{SiO}_2$ 量を変化させた時に得られた各試料の100℃、100kHz-2000Gにおける $P_B$ 及び常温における $\mu_i$ 値を示している。

【0031】図1及び図2の主相結晶粒内の $\text{CaO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 量は、化学的なエッチングにより粒界相を除去した主相結晶粒内の含有量を総含有量に対する比率(%)で示した値である。

【0032】図1及び図2より、 $\text{CaO}$ では $\text{CaO}$ 総含有量の10～70%の範囲で、 $\text{SiO}_2$ では $\text{SiO}_2$ 総含有量の10～60%の範囲で、それぞれスピネル結晶粒中に固溶せしめた試料は、コアロス値が小さく、高い透磁率の得られることがわかる。

【0033】(実施例2)高純度の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Mn}_3$

$\text{O}_4$ 、 $\text{ZnO}$ の粉末を、53モル%の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、39モル%の $\text{MnO}$ 、8モル%の $\text{ZnO}$ となるよう秤量し、これら粉末をボールミルにて混合した後、約900℃で仮焼した。次に、この仮焼粉末に0.03wt%の $\text{SiO}_2$ 及び0.10wt%の $\text{CaO}$ を添加して、さらにボールミルで混合、解砕を行った。次に、得られた粉末にバインダーを混合した後、約2トン/cm<sup>2</sup>で成形し、これら得られた成形体を焼成温度：1000～1250℃、酸素分圧：0.1～6%の雰囲気中で焼成した。

10 【0034】図3は、主相結晶粒内の $\text{SiO}_2$ 含有量が、 $\text{SiO}_2$ 総含有量の30%である試料において、主相結晶粒内の $\text{CaO}$ 量を変化させた時に得られた各試料の60℃、 $f=1\text{ MHz}$ 、 $B_m=500\text{ G}$ における $P_B$ 値を示し、図4は、主相結晶粒内の $\text{CaO}$ 含有量が、 $\text{CaO}$ 総含有量の30%である試料において、主相結晶粒内の $\text{SiO}_2$ 量を変化させた時に得られた各試料の60℃、 $f=1\text{ MHz}$ 、 $B_m=500\text{ G}$ における $P_B$ 値を示している。

20 【0035】図3及び図4の主相結晶粒内の $\text{CaO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 量は、化学的なエッチングにより粒界相を除去した主相結晶粒内の含有量を、総含有量に対する比率(%)で示した値である。

【0036】図3及び図4より、 $\text{CaO}$ では $\text{CaO}$ 総含有量の10～70%の範囲で、 $\text{SiO}_2$ では $\text{SiO}_2$ 総含有量の10～60%の範囲で、それぞれスピネル結晶粒中に固溶せしめた試料は、低コアロス値の得られていることがわかる。

30 【0037】(実施例3)高純度の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Mn}_3\text{O}_4$ 、 $\text{ZnO}$ の粉末を、53モル%の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、35モル%の $\text{MnO}$ 、12モル%の $\text{ZnO}$ となるよう秤量し、これら粉末をボールミルにて混合した後、約900℃で仮焼した。

【0038】次にこの仮焼粉末に0.02wt%の $\text{SiO}_2$ 、0.05wt%の $\text{CaO}$ 及び0.04wt%の $\text{Nb}_2\text{O}_5$ を添加して、さらにボールミルで混合、解砕を行った。次に得られた粉末にバインダーを混合した後、約2トン/cm<sup>2</sup>で成形し、これら得られた成形体を、焼成温度：1100～1400℃、酸素分圧：1～10%の雰囲気中で焼成した。

40 【0039】図5は、主相結晶粒内の $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 量を変化させた時に得られた各試料の100℃、 $f=100\text{ kHz}$ 、 $B_m=2000\text{ G}$ における $P_B$ 値及び常温における $\mu_i$ 値を示している。また、図5の主相結晶粒内の $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 量は、化学的なエッチングにより粒界相を除去した主相結晶粒内の含有量を、総含有量に対する比率(%)で示した値である。

【0040】図5より、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 総含有量の20～70%の範囲で、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ をスピネル結晶粒中に固溶せしめた試料は低いコアロス値の得られていることがわかる。

(実施例4) 高純度の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Mn}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZnO}$ の粉末を、53モル%の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、39モル%の $\text{Mn}_2\text{O}_3$ 、8モル%の $\text{ZnO}$ となるよう秤量し、これら粉末をボールミルにて混合した後、約900℃で仮焼した。次に、この仮焼粉末に0.03wt%の $\text{SiO}_2$ 、0.10wt%の $\text{CaO}$ 、及び0.04wt%の $\text{Nb}_2\text{O}_5$ を添加して、さらにボールミルで混合、解砕を行った。次に、得られた粉末にバインダーを混合した後、約2トン/cm<sup>2</sup>で成形し、これら得られた成形体を焼成温度：1100～1400℃、酸素分圧：3%以下の雰囲気中

で焼成した。  
【0041】図6は、主相結晶粒内の $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 含有量を変化させた時に得られた各試料の60℃、1kHz～500Gにおける $P_B$ 値を示している。図6の主相結晶粒内の $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 量は、化学的なエッチングにより粒界相を除去した主相結晶粒内の含有量を、総含有量に対する比率(%)で示した値である。

【0042】図6より、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 総含有量の20～70%の範囲で、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ をスピネル結晶粒中に固溶せしめた試料は、低いコアロス値の得られていることがわ

かる。

\*

密度 (g/cm <sup>3</sup> )	$B_s$ (G)	$\mu_i$ *	$\mu_a$ **	$P_B$ *** (kW/m <sup>3</sup> )
4.68	4700	2000	3500	510
4.75	4890	2100	3500	450
4.81	5210	2100	4000	450
4.88	5250	2100	4200	380
4.92	5350	2400	5230	310
4.97	5400	2450	5210	300
5.05	5450	2500	5290	295
5.10	5460	2500	5270	300

【0047】(実施例7) 実施例1で得られた粉末成形体を $\text{N}_2$ 中昇温と大気中昇温で焼成した。保持は1300℃とし、また雰囲気は $\text{N}_2$ と $\text{O}_2$ の混合ガスとした。下表2に昇温部を $\text{N}_2$ 雰囲気と空気(Air)中昇

\*【0043】(実施例5) 実施例1と同様の工程で、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ を0～0.10wt%まで変化させて添加した試料を作成した。図7は、この試料の $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 含有量と100℃、100kHz～2000Gにおける $P_B$ 値及び常温における $\mu_i$ 値との関係を示している。

【0044】図7より、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ の含有量が0～0.08wt%(0%を除く)の時に優れた磁気特性の得られていることがわかる。

【0045】(実施例6) 高純度の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Mn}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZnO}$ 原料を配合して52.5 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ —35 $\text{Mn}_2\text{O}_3$ —12.5 $\text{ZnO}$ (モル%)となるようにした。次に本配合粉末をボールミルにて混合し、予焼し、さらに再びボールミルにて粉碎しバインダーを混合後成形した。そして得られた成形体を、昇温雰囲気、温度、保持条件を変化させて焼成体を得た。下記表1に焼結体密度と得られた磁気特性を示す。焼結体密度が4.9g/cm<sup>3</sup>以上の試料ではいずれの磁気特性も優れていることがわかる。

【0046】

【表1】

※雰囲気とした材料の磁気特性を示す。昇温部を $\text{N}_2$ とした方が優れた磁気特性を示す。

【0048】

【表2】

昇 温 昇 温 気	B <sub>s</sub> (G)	$\mu_i$ *	$\mu_a$ **	P <sub>B</sub> *** (kW/m <sup>3</sup> )	密 度 (g/cm <sup>3</sup> )
N <sub>2</sub>	5400	2450	5210	300	4.97
Air	5160	2100	4020	480	4.80

\*  $\mu_i$  = 100 kHz - at 常温

\*\*  $\mu_a$  = 100 kHz - 200 G at 100℃

\*\*\* P<sub>B</sub> = 100 kHz - 200 G at 100℃

【0049】(実施例8) 実施例1と同様の工程で、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を0~0.1wt%まで変化させて添加した試料を作成した。

【0050】下表3にNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>量を変化させた時の磁\*

\* 気特性を示す。Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>が0.08wt%以下(0を含まず)の時に優れた磁気特性を示す。

【0051】

【表3】

Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 含有量	密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	B <sub>s</sub> (G)	$\mu_i$ *	$\mu_a$ **	P <sub>B</sub> *** (kW/m <sup>3</sup> )
0.02	4.91	5800	2500	5140	320
0.04	4.93	5350	2300	5200	280
0.06	4.92	5310	2400	5160	340
0.08	4.95	5350	2350	5020	350
0.10	4.93	5240	1900	3980	460

\*  $\mu_i$  = 100 kHz - at 常温

\*\*  $\mu_a$  = 100 kHz - 200 G at 100℃

\*\*\* P<sub>B</sub> = 100 kHz - 200 G at 100℃

【0052】

【発明の効果】以上の述べた如く、本発明によれば、Mn-Zn系フェライトを通常の粉末冶金法で製造する方法において、副成分である酸化カルシウムと二酸化ケイ素を、酸化カルシウムでは酸化カルシウム総含有量の10~70%を、二酸化ケイ素では二酸化ケイ素総含有量の10~60%を、それぞれスピネル結晶粒中に固溶せしめることにより、従来のMn-Zn系フェライトよりも低損失で、スイッチング電源等のトランス材として優れた性能を示すMn-Zn系フェライトを得ることができる。

【0053】また、本発明によればMn-Zn系フェライトを通常の粉末冶金法で製造する方法において、副成分であるNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を0~0.08wt%(0を除く)の範囲で含有せめ、さらにNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を、スピネル結晶粒中に、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>総含有量の20~70%固溶せしめることにより、従来のMn-Zn系フェライトよりも低損失で、電源用トランス材として優れた性能を示すMn-Zn系フェライトを提供することができる。

※【0054】更に、本発明によれば、焼結体密度を4.9g/cm<sup>3</sup>以上とすることで著しく磁気特性向上が実現される。またこの際に、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>を0.08wt%以下(0を含まず)とし、さらにN<sub>2</sub>中で昇温する焼成パターンを用いることで密度を4.9g/cm<sup>3</sup>以上とすることができるものである。これは、密度を4.9g/cm<sup>3</sup>以上とすることでMn-Znフェライトの本来有する優れた磁気特性を確保できることのためであり、N<sub>2</sub>中での昇温はスピネル化反応がより一層促進された状況下での粒成長及び緻密化が進行することが高特性化に寄与しているものと思われる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例1における主相結晶粒内のSiO<sub>2</sub>含有量が、総SiO<sub>2</sub>含有量の30%である試料における、主相結晶粒内のCaO量と100℃、f=100kHz、B<sub>a</sub>=2000Gにおけるパワーロス値及び常温、f=100kHzにおける $\mu_i$ 値との関係を示す図である。

※50 【図2】本発明の実施例1における主相結晶粒内のCa

11

O含有量が、総CaO含有量の30%である試料における、主相結晶粒内のSiO<sub>2</sub>量と100℃、 $f=100$  kHz、 $B_m=2000$  Gにおけるパワーロス値及び常温、 $f=100$  kHzにおける $\mu_i$ 値との関係を示す図である。

【図3】本発明の実施例2における主相結晶粒内のSiO<sub>2</sub>含有量が、総SiO<sub>2</sub>含有量の30%である試料における、主相結晶粒内のCaO量と60℃、 $f=1$  MHz、 $B_m=500$  Gにおけるパワーロス値との関係を示す図である。

【図4】本発明の実施例2における主相結晶粒内のCaO含有量が、総CaO含有量の30%である試料における、主相結晶粒内のSiO<sub>2</sub>量と60℃、 $f=1$  MHz

12

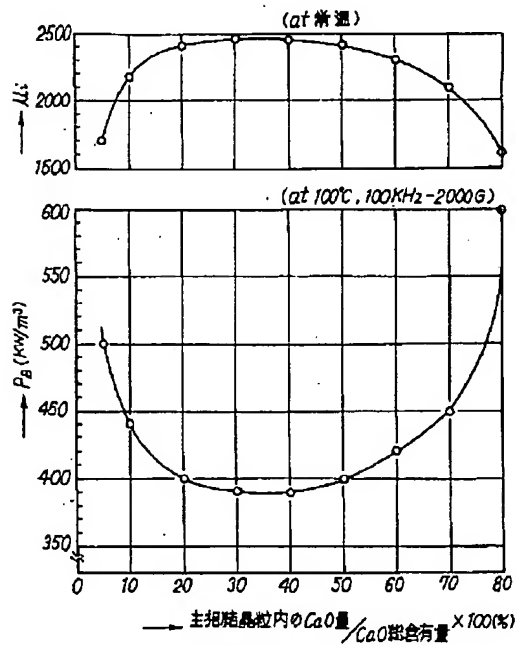
$z$ 、 $B_m=500$  Gにおけるパワーロス値との関係を示す図である。

【図5】本発明の実施例3における主相結晶粒内のNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>量と100℃、 $f=100$  kHz、 $B_m=2000$  Gにおけるパワーロス値及び常温、 $f=100$  kHzにおける $\mu_i$ との関係を示す図である。

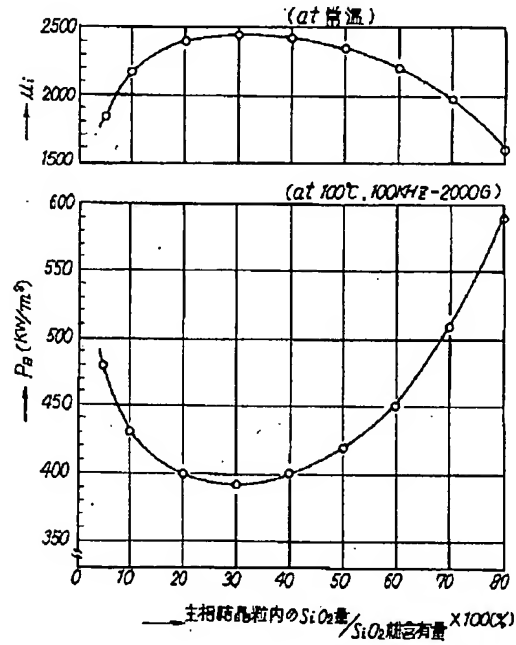
【図6】本発明の実施例4における主相結晶粒内のNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>量と60℃、 $f=1$  MHz、 $B_m=500$  Gにおけるパワーロス値との関係を示す図である。

10 【図7】本発明の実施例5におけるNb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>含有量と100℃、 $f=100$  kHz、 $B_m=2000$  Gにおけるパワーロス値及び常温、 $f=100$  kHzにおける $\mu_i$ との関係を示す図である。

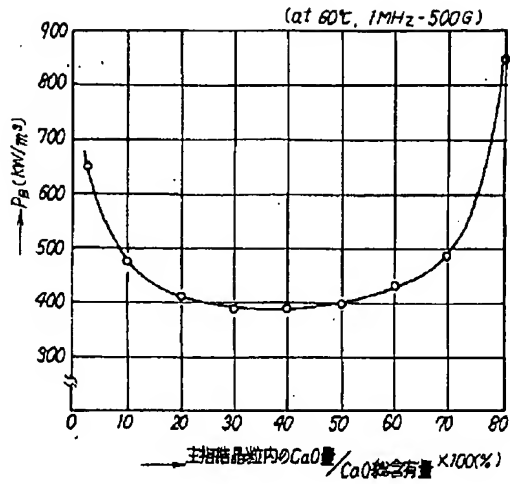
【図1】



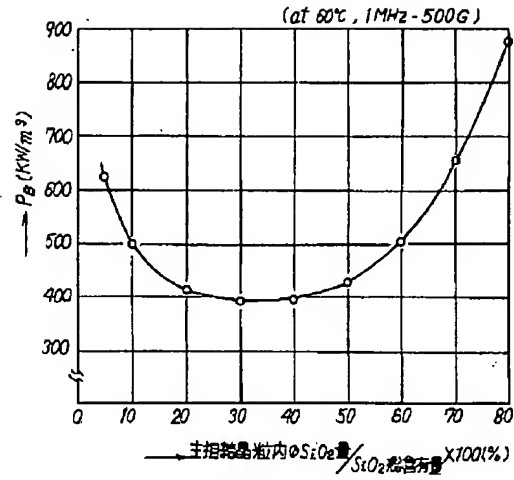
【図2】



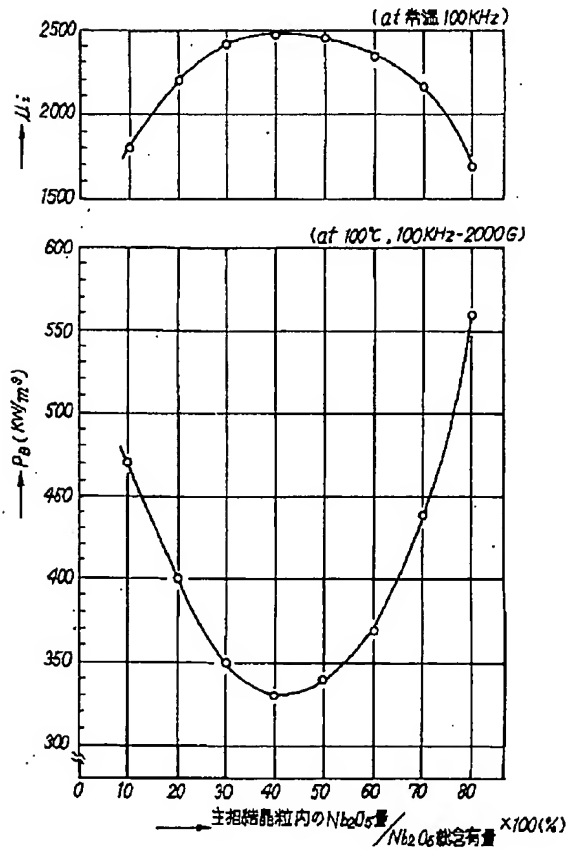
【図3】



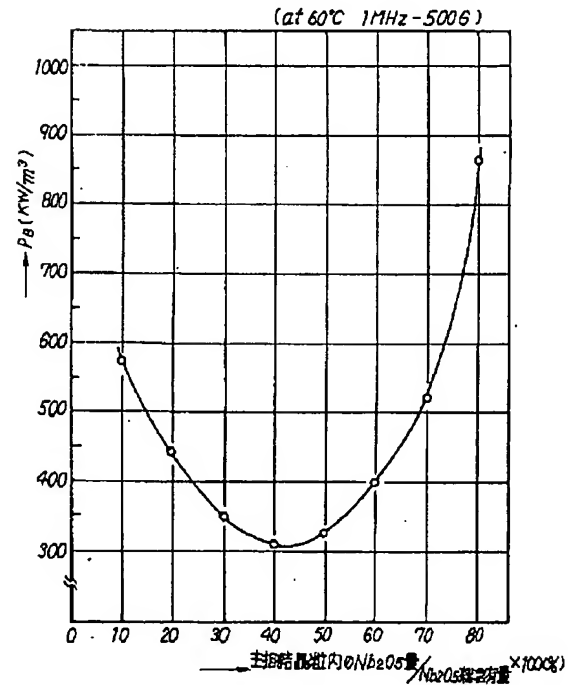
【図4】



【図5】



【図6】



【図7】

